

REPELLENT FOR INJURIOUS ORGANISM

Patent number: JP60199804
Publication date: 1985-10-09
Inventor: NISHIMURA HIROYUKI; KOBAYASHI KENJI; UNNO TOKUKO
Applicant: NIPPON KAYAKU KK
Classification:
- **international:** A01N31/06; A01N37/02; A01N41/06; A01N47/18
- **european:**
Application number: JP19840056144 19840326
Priority number(s): JP19840056144 19840326

Abstract not available for JP60199804

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

⑩ 日本国特許庁 (J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-199804

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)10月9日

A 01 N 47/18
31/06
37/02
41/06

7144-4H
7419-4H
7419-4H
B-7215-4H 審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 有害生物忌避剤

⑯ 特 願 昭59-56144

⑰ 出 願 昭59(1984)3月26日

⑱ 発 明 者 西 村 弘 行 札幌市豊平区中の島1-5 公務員宿舍41
⑱ 発 明 者 小 林 賢 司 上尾市大字上340 8-402
⑱ 発 明 者 海 野 登 久 子 春日部市上蛭田85-1 とよはるサンハイツB 504
⑲ 出 願 人 日本化薬株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目2番1号
⑳ 代 理 人 弁理士 竹田 和彦

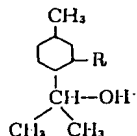
明 細 書

1. 発明の名称

有害生物忌避剤

2. 特許請求の範囲

一般式(I)

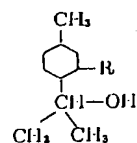


(I)

(式中 R は水酸基、C₁~C₉ のアルキルカルボニルオキシ基、メチル基を有していてもよいフェニルスルホニルオキシ基、C₁~C₂ のアルキルカーバモイルオキシ基または塩素原子を表わす)で示される p-メンタン誘導体を有効成分として含有する有害生物忌避剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は一般式



(I)

(式中、R は水酸基、C₁~C₉ のアルキルカルボニルオキシ基、メチル基を有していてもよいスルホニルオキシ基、C₁~C₂ のアルキルカーバモイルオキシ基または塩素原子を表わす)で示される p-メンタン誘導体を有効成分として含有することを特徴とする有害生物忌避剤に関するものである。

現在有害生物特に昆虫やダニによって媒介される病気は、世界的にみると数多く、分布の広さや罹患者数の多さ、致命率等の点で重要な疾病となっている。特に生物学的伝播をする吸血性害^虫鼠やダニ類によってもたらされる疾病は大問題である。例えば蚊はマラリア、黄熱、デング、フィリア症等を、ブユはオンコセルカ症等を、ノミはペスト、発疹熱等を、サシガメはシャガス病等を、ツツガムシはツツガムシ病を

ひきおこす。これらの中には病原体であるウィルス、リケッチャ、細菌、原虫、線虫等の伝播に特異的な役割を果たしているものが多い。例えば疾病した動物を吸血し、病原体を宿した害虫やダニが再び他の人や豚などの家畜類、犬などのペット類を吸血する際に感染させるもので、その伝播力ははかり知れない。また吸血時には血液を失ない、かゆみを覚えたり、発疹、皮膚炎等を起こすことに起因する被害も著しい。ニワトリは産卵数を、乳牛は乳量を減少させるのである。

このように吸血性害虫やダニによる被害は著しいものであり、これらを防除する為に一般的には殺虫剤が用いられている。しかしこれら有害生物の発生源は多く、また増殖力も活発であり、生態も複雑である為、殺虫剤による完全な防除は極めて難しい。そこでこれら吸血性害虫やダニから動物の身を守る為に忌避剤が用いられている。

現在知られている忌避剤にはN,N-ジエチル

ーメタートルアミド、ジアルキルフタレート、2-エチル-1,3-ヘキサジオール等があるが、いずれも満足する忌避効果が得られず、新たな忌避剤の出現が強く望まれている。

本発明者等は、ユウカリの木の周辺に昆虫が少ないことに目をつけ、鋭意研究した結果、ユウカリの葉の中に有害生物を忌避する物質が存在することを確認しその化学構造が式(1)においてRが水酸基であるp-メンタン-3,8-ジオールであることを明らかにし、更にその誘導体を研究し本発明を完成させるに至った。

本発明の式(1)の化合物は以下のようにして製造することができる。

- ① p-メンタン-3,8-ジオールはユウカリから抽出、精製しても得られるが、Agric. Biol. chem. 46(1) p. 319(1982)で知られているように(+)-シトロネラルを硫酸中閉環するJ. Am. Chem. Soc., 75, 2367(1953)に記載された方法でも得ることができる。
- ② 式(1)において、RがC₁~C₉のアルキルカル

ボニルオキシ基である化合物は以下のようにして製造する。

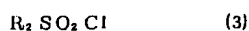
すなわちp-メンタン-3,8-ジオールを例えばビリジンのような第三級アミン中またはベンゼン、トルエン、シクロヘキサン、メチルエチルケトンなどの不活性有機溶媒中、ビリジンなどの第三級アミンの存在下式



(式中、R₁はC₁~C₉のアルキル基またはメチル基を有していてもよい)

で表わされる化合物と0~80℃好ましくは30~60℃で反応させて得ることができる。

- ③ 式(1)においてRがメチル基を有していてもよいフェニルスルホニルオキシ基である化合物は、②の方法において式(2)の化合物の代わりに式



(式中R₂はメチル基を有していてもよいフェニル基を表わす)

を用いた以外は②の方法と同様の反応を行わ

せて得ることができる。

- ④ 式(1)においてRが塩素原子である化合物は③の方法で得られた式(1)においてRがメチル基を有していてもよいフェニルスルホニル基である化合物を適当な塩素化剤例えば塩化チオニル又は塩化リチウムとアセトン、メチルエチルケトンなどの不活性有機溶媒中好ましくは加熱還流下で反応させて得ることができる。
- ⑤ 式(1)においてRがC₁~C₂のアルキルカルバモイル基である化合物はp-メンタン-3,8-ジオールを例えばビリジンのような有機溶媒中



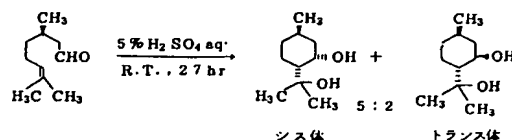
(式中R₃はC₁~C₂のアルキル基を表わす。)で表わされるアルキルイソシアネートを加えて50℃~120℃で加熱反応させて得ることができる。

以下に本発明化合物の合成例を~~示す~~示す。

合成例 1.

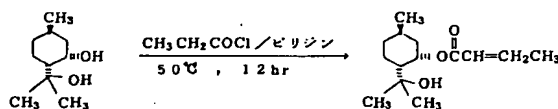
p-メンタン-3,8-ジスージオール(化合物No 1)及びp-メンタン-3,8-ドランスージオール(化合物No 2)の製法:

三角フラスコ(100 ml容)に(+)-シトロネラル($[\alpha]_D^{25} +1.023$)を20.0 g(0.13 mol)入れ、反応容器を0℃に冷却した。これに5%硫酸水溶液100 mlを攪拌しながらゆっくり滴下した後、反応溶液を室温で27時間攪拌した。有機層をエーテル100 mlで4回抽出後、エーテル相を5%炭酸ナトリウム水溶液100 mlで3回、飽和食塩水100 mlで3回洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。エーテルを濃縮後、粗抽出物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(シリカゲル500 g; 溶媒系エーテル-ヘキサン)にかけシス体を6.31 g(42%)およびトランス体を2.52 g(17%)単離結晶化させた。少量のエーテルに溶解させヘキサンより再結晶させた。



合成例 2.

p-メンタン-3-n-ブチルオキシ-8-オール(化合物No 5)の合成:



二口フラスコ(10 ml容)に(+)-p-メンタン-3,8-ジスージオール71.3 mg(0.414 mmol)を入れピリジン1 mlを加えて溶解し、氷浴中で冷却しながら攪拌した。ストッパーとシリコンキャップで反応容器を密栓し、n-ブチルクロライド66 mg(0.62 mmol)をマイクロシリンジを用いてシリコンキャップを通してゆっくり滴下した。そのまま20分間攪拌してから氷浴を取りはずし、室温にて攪拌した。次に50℃、12 hr攪拌してエーテル抽出した。エーテル層を1N-塩酸20

mlで4回洗浄し、次に5%炭酸ナトリウム水溶液20 mlで4回、飽和食塩水20 mlで4回洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥後、エーテルを除去すると約70 mg(70%収率)の目的物の粗結晶が得られる。

合成例 3.

p-メンタン-3-トシルオキシ-8-オール(化合物No 10)の合成:

二口フラスコ(10 ml容)にp-メンタン-3,8-ドランスージオール219 mg(1.27 mmol)を取りピリジン4 mlを加えて溶解させた。反応容器を氷浴で冷却しながら攪拌し、これにトシルクロライド521 mg(2.73 mmol)を徐々に加えた。20℃、22 hr、反応容器全体をアルミホイルで包み光を遮断して攪拌を行う。反応後水8 mlを加えエーテル30 mlで3回抽出し、エーテル層を2N-塩酸40 mlで4回、飽和食塩水40 mlで3回洗浄した。無水硫酸マグネシウムで乾燥後、エーテルを除去して粗抽出物395 mgを得る。トシル化物であることを、¹H-NMRおよび、IRで確認

合成例 4.

p-メンタン-3-クロロ-8-オール(化合物No 11)の合成:

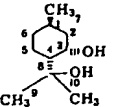
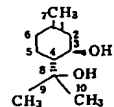
コンデンサーを取り付けた二口フラスコ(10 ml容)に前項の粗抽出物395 mgを取り、脱水アセトン6 mlを加えて溶解した。塩化リチウム109 mg(2.57 mmol)を徐々に加え、沸石を入れて油浴中、14時間加熱還流させた。氷冷後、水10 mlを加え、エーテル25 mlで3回抽出した。エーテル層を飽和食塩水40 mlで4回洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。エーテルを減圧濃縮して粗抽出物365 mgを得た。ガスクロマトおよびTLCで2成分が検出され、カラムクロマト(SiO_2)で塩素化物を分離した。白色針状結晶の目的物121 mg(p-メンタン-3,8-ドランスージオールからの収率は50%)を得た。

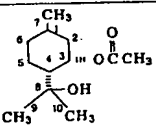
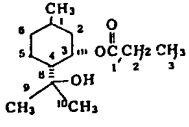
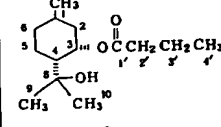
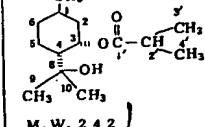
合成例 5.

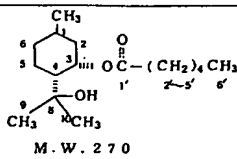
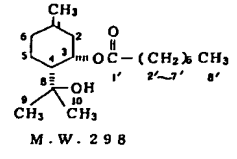
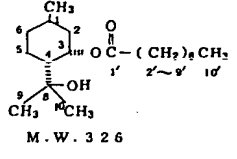
p-メンタン-3-メチルカルバモイルオキシ-8-オール(化合物No 12)の合成:

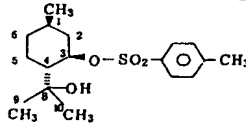
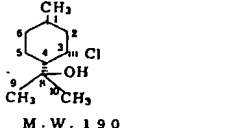
上記の方法によって得られる化合物の例を以下

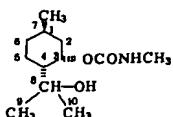
に挙げる。

化合物No.	構造式	I. R. 又は m. p.	旋光度
1	 <p>p-メントン-3,8-シ ス-ジオール M.W. 172</p>	5 7.5~5 9.5° IR (νmax) 3 250cm ⁻¹ (OH)	(α) _D ²³ + 12.8° (C=0.53, MeOH)
2	 <p>p-メントン-3,8-ト ランス-ジオール M.W. 172</p>	6 0.5~6 1.5° IR (νmax) 3 250cm ⁻¹ (OH)	(α) _D ²³ - 11.4° (C=0.53, MeOH)

化合物No.	構造式	外観、I. R. 又は m. p.	旋光度	¹ H-NMR (δ CDCl ₃ , TMS)
3	 <p>M.W. 214</p>	oil IR (νmax) 3 300cm ⁻¹ (OH) 1 725cm ⁻¹ (エステル)		0.90 (3H, d, C7-Me, J=6.4 Hz), 1.24 and 1.25 (3H each, two S, C9 and C10-Me), 2.48 (3H, S, -COCH ₃), 5.37 (1H, broad S, C3-equatorial proton)
4	 <p>M.W. 228</p>	oil IR (νmax) 3 370cm ⁻¹ (OH) 1 725cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²⁸ + 45.8° (C=0.2, MeOH)	0.90 (3H, d, C7-Me, J=5.4 Hz), 1.16 and 1.18 (3H each, two S, C9 and C10-Me), 1.24 (3H, t, C2'-Me, J=8 Hz), 2.37 (2H, q, C2'-CH ₂ , J=8 Hz), 5.38 (1H, broad S, C3-equatorial proton)
5	 <p>M.W. 242</p>	5 7.0~5 9.0°C IR (νmax) 3 410cm ⁻¹ (OH) 1 735cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²⁸ + 44.4° (C=0.2, MeOH)	
6	 <p>M.W. 242</p>	oil IR (νmax) 3 430cm ⁻¹ (OH) 1 735cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²⁸ + 42.6° (C=0.2, MeOH)	0.89 (3H, d, C7-Me, J=5.6 Hz), 1.17 and 1.18 (3H each, two S, C9 and C10-Me), 1.19 (6H, d, C2' and C4'-Me, J=7.0 Hz), 2.55 (1H, m, C2'-H, J=7.0 Hz), 5.40 (1H, broad S, C3-equatorial proton)

化合物No.	構 造 式	外観、I.R.又はm.p.	旋 光 度	¹ H-NMR (δ ^{CDCl₃} _{TMS})
7	 <p>M.W. 270</p>	oil IR (ν _{max}) 3450cm ⁻¹ (OH) 1720cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²⁴ + 39.3° (C=0.005, MeOH)	0.87 (3H, d, C7-Me, J=6.4 Hz), 0.90 (3H, t, C6'-Me, J=6.4 Hz), 1.16 and 1.20 (3H each, two S, C9 and C10-Me), 2.31 (2H, dt, C2'-methylene proton, J=2.0, 7.3, 7.3 Hz), 5.38 (1H, m, C3-equatorial proton)
8	 <p>M.W. 298</p>	oil IR (ν _{max}) 3450cm ⁻¹ (OH) 1725cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²⁴ + 26.6° (C=0.001, MeOH)	0.87 (3H, d, C7-Me, J=6.4 Hz), 0.88 (3H, t, C6'-Me, J=4.9 Hz), 1.16 and 1.20 (3H each two S, C9 and C10-Me), 2.31 (2H, dt, C2'-methylene proton, J=2.0, 7.3, 7.3 Hz), 5.40 (1H, m, C3-equatorial proton)
9	 <p>M.W. 326</p>	oil IR (ν _{max}) 3450cm ⁻¹ (OH) 1720cm ⁻¹ (エステル)	(α) _D ²² + 62.1° (C=0.007, MeOH)	0.86~0.89 (6H, m, C7-Me and C6'-Me), 1.16 and 1.20 (3H each two S, C9 and C10-Me), 1.23 (10H, broad S, C3', C4', C5', C6', C7'-methylene, 2.31 (1H, dt, C2'-methylene J=2.0, 7.3, 7.3 Hz), 5.38 (1H, m, C3-equatorial proton)

化合物No.	構 造 式	外観、I.R.又はm.p.	旋 光 度	¹ H-NMR (δ ^{CDCl₃} _{TMS})
10		oil IR (ν _{max}) 3475cm ⁻¹ (OH) 1350 and 1180cm ⁻¹ (SO ₂)	(α) _D ²³ + 2.0 (C=0.50, MeOH)	0.92 (3H, d, C7-Me, J=4 Hz), 1.19 (6H, S, C9 and C10-Me), 2.42 (3H, S, Me in Ts), 4.80 (1H, dt, J=4.0, 1.06, 1.06 Hz, C1-axial proton)
11	 <p>M.W. 190</p>	60.5~63.0°C IR (ν _{max}) 3290cm ⁻¹ (OH) 690cm ⁻¹ (C-Cl)	(α) _D ²⁸ + 12.3	

化合物 No	構 造 式	m. p.
12		100~105℃

p-メンタン-3,8-ジスジオール1g (0.0058モル)に乾燥したビリジンを20ml、メチルイソシアネート0.994g (0.0174モル)を加え100~102℃で13時間反応させたのちビリジンを留去し、酢酸エチルエステルで抽出する。抽出液を水洗したのち無水硫酸ナトリウムで乾燥し、逕過後濃縮して得られるものをシリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーより精製すると0.6gの白色結晶、融点100~105℃を示す目的物を得た。

本発明の式(I)の化合物を使用する場合、使用目的に応じて、有効成分化合物そのままか、または効果を助長あるいは安定にするために補助剤を混用して使用することができる。例えば上記有効成分化合物をアルコール類に配合し、そのまま害虫

エチルセロソルブ等のセロソルブ類、ケロシン等の石油留分、ジブチルエーテル等のエーテル類、クロルベンゼン等の塩素系炭化水素、動植物油、脂肪酸およびそのエステル類、水等があげられる。担体のうち固体希釈剤としてはクレー、カオリン、タルク、珪藻土、シリカ、炭酸カルシウム、モンモリロナイト、ベントナイト、長石、石英、アルミナ等が挙げられる。

界面活性剤としては、展着剤、乳化剤、湿潤剤、分散剤および崩壊剤として使用される例えばステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、高級アルコール、硫酸ナトリウム、リグニンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホン酸ナトリウムホルマリン縮合物、ポリオキシエチレンアルキルベンゼンスルホン酸アンモニウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ラウリルベタイン等の陽イオン界面活性剤、陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、耐性イオン界面活性剤があげられる。

忌避を要求される区域等に直接適用することができるが、好ましくは適用方法に適した各種の形態、例えば、ローション、乳剤、油剤、クリーム、噴煙剤、エアゾール、粒剤、樹脂剤、シート剤、石けん、等の形態で利用することができる。

これらの種々の製剤は実際の使用に際しては、直接そのまま使用するか、または水で所望の濃度に希釈して使用することができる。例えば人の場合には露出部にクリームまたはローションなどを塗る。またペット犬などの場合には樹脂にしみこませたものを首輪に差し込む等して用いる。

ここにいう補助剤としては担体(液体希釈剤または固体希釈剤)、種々の界面活性剤または有機質原料をあげる事ができる。

担体のうち液体希釈剤としてはトルエン、キシレン、メチルナフタレン等の芳香族炭化水素類、イソプロパノール、グリコール等のアルコール類、酢酸ブチル等のエステル類、シクロヘキサノン等のケトン類、ジメチルホルムアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類、

次に有機質原料としては固着剤、結合剤、崩壊剤、安定剤、流動剤、増粘剤として使用される例えばカルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリアクリル酸ナトリウム、アラビヤゴム、イソプロピルアミド・フオスフェート、キサントガム等があげられる。

いずれの製剤もそのまま単独で使用できるのみならず除草剤や殺虫剤、植物生長調節剤、殺ダニ剤、殺菌剤、昇華性防虫剤、公知の害虫忌避剤、効力増強剤、着色料、香料、安定剤と混合して使用することもできる。

本発明の忌避剤における有効成分化合物含量は製剤形態、施用方法、その他の条件によって種々異なり、場合によっては有効成分化合物のみでもよいが、通常は0.5~95%(重量)の範囲で用いられる。

そして有効成分の好ましい含量は製剤の各々の形態によって異なる。例えば、粉剤の場合、有効成分量は0.5~20%であり、補助剤の含量は

80～99.5%であり、乳剤の場合、有効成分量は5～80%であり、補助剤の含量は20～95%であり、フロアブル剤の場合、有効成分量は5～70%であり、補助剤の含量は30～95%であり、水和剤の場合、有効成分量は20～90%であり、補助剤の含量は10～80%であり、粒剤と微粒剤の場合、有効成分量は0.5～15%であり、補助剤の含量は85～99.5%である。ローションの場合、有効成分量は0.5～20%であり、補助剤の含量は80～99.5%であり、クリームの場合、有効成分量は0.1～20%であり、補助剤の含量は80～99.9%である。

次に本発明の有害生物忌避剤の製剤例についてさらに詳細に説明するが、添加物の種類および配合比率等はこれのみに限定されることなく広い範囲で使用可能である。なお部とあるは、「重量部」を意味する。

製剤例 1. 乳 剤

有効成分化合物番号 1 10部にキシレン・メチルナフタレンの混合液(1:1)65部を加え

13部、セチルアルコール2部、ラノリン1部、流動パラフィン2部と水67部を加えて、加熱して溶解混和し、さらに、加熱したグリセリン14部を注入し、よくかきまぜてクリームとする。本剤は、このまま、人体および動物体に塗布して使用する。

製剤例 5. ローション

ステアリン酸7部、ラノリン0.5部及びTween 60(ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート)7部からなる混合物を80℃に加熱し、水82部とサリチル酸2.5部の混合物(60℃)の中に入れ、迅速にかきまぜながらさらに有効成分化合物番号3の1部を添加してローションとする。本剤はこのまま、人体および動物体に塗布または噴霧して使用する。

本発明有害生物忌避剤の有効成分化合物量の適用量は、その剤型や適用方法、適用区域等に応じて適宜決定すればよく限定的ではないが、ローション、クリーム状の場合、使用量としては、例えば吸血性害虫およびダニの被害を防止するために

溶解し、次いでこれにノニルフェノール酸化エチレン縮合物とドデシルベンゼンスルホン酸カルシウムの混合物(8:2)25部を混合して乳剤とする。本剤はそのまゝかあるいは、10～1000倍に水で希釈し、散布剤、塗布剤として使用する。

製剤例 2. 粉 剤

有効成分化合物番号4の1部にタルクと炭酸カルシウムの混合物(1:1)97部を加えて混合磨砕して充分均等に分散配合した後、さらに無水珪酸2部を添加し混合粉碎し、粉剤とする。本剤はこのまゝ散布して使用する。

製剤例 3. エアゾール

有効成分化合物番号5の5部をメチルナフタレンとシクロヘキサンの混合物(1:1)15部に溶解し、さらにフロン80部に混合して均一な溶液とし、エアロゾル形態に加工することにより、エアロゾルが得られる。本剤はこのまゝ噴霧して使用する。

製剤例 4. クリーム

有効成分化合物番号3の1部を、ステアリン酸

人および動物の皮膚に塗布使用の場合、塗布すべき面積1cm²あたり有効成分化合物を0.01mg以上；好ましくは1m²あたり約10mg～1g存在させるのが適当である。

以下本発明をさらに詳しく説明するために、試験例を示す。なお、試験には第1表に示す化合物を用いた。各試験例における供試化合物番号は第1表の化合物番号に対応する。

試験例 1. ヒトスジシマカ成虫に対する吸血忌避試験

本発明化合物の所定量を含有したローションをマウスを固定出来るように袋状にした12cm×7cmの金網に1m²あたり50ml宛、均一に塗布した。室温で30分間風乾後、その中にマウスを固定した。羽化後5～7日のヒトスジシマカの成虫、雌雄50頭づつ入った昆虫飼育ケージに、マウスを入れ、供試虫に、30分間吸血のチャンスを与えた。乾熱器で供試虫を殺した後、吸血の有無を観察記録した。その結果を第2表に示す。

第 2 表

化合物番号	忌 避 率 (%)		
	化合物濃度 1 %	同 0.1 %	同 0.01 %
1	100	77	0
7	91	67	46
8	62	0	0
9	83	44	0
2	100	61	41
N,N-ジエチル -メタトルアミド	100	86	0

上表より、本発明において有効成分とするp-メンタン誘導体はいずれも吸血忌避効果が認められ、中でも化合物番号1, 7, 2に特に優れた活性を示していることが確認された。

なお、忌避率は次式を用いて算出した。

$$\text{忌避率(\%)} = \frac{(\text{無処理区の吸血虫数}) - (\text{処理区の吸血虫数})}{\text{無処理区の吸血虫数}} \times 100$$

試験例 2. 化合物の忌避効果持続性試験

化合物の忌避効果の持続性を検討するために第2表で使用した同一金網(化合物1%処理)について、5日間経過後に、第2表と同じ方法で試験を行った。その結果を第3表に示す。

第 3 表

化合物番号	忌避率(%)
1	82
7	88
2	55
N, Nジエチルトルアミド	25

表から明らかのように、いずれの化合物にも忌避効果の持続性が認められ、公知化合物より優れている。

試験例 3. アカイエカ成虫に対する吸血忌避性試験

アカイエカ成虫に対する吸血忌避効果について検討した。試験法は試験例1に準ずるが、吸血のチャンスは、夕方の5時から翌日の午前9時迄の16時間とした。その結果を第4表に示す。

第 4 表

化合物番号	忌 避 率 (%)	
	化合物濃度 1 %	同 0.1 %
1	25	10
7	62	0
9	12	0
2	83	17
N, Nジエチルトルアミド	15	3

化合物番号7および2は、公知化合物より高い値を示し、優れた忌避効果を示す。

特許出願人 日本化薬株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.